

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6406032号
(P6406032)

(45) 発行日 平成30年10月17日(2018.10.17)

(24) 登録日 平成30年9月28日(2018.9.28)

(51) Int.Cl.		F I			
HO 1 J	37/20	(2006.01)	HO 1 J	37/20	D
HO 1 J	37/28	(2006.01)	HO 1 J	37/28	B
HO 1 J	37/244	(2006.01)	HO 1 J	37/244	

請求項の数 13 (全 15 頁)

(21) 出願番号	特願2015-13641 (P2015-13641)	(73) 特許権者	000006655 新日鐵住金株式会社 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号
(22) 出願日	平成27年1月27日(2015.1.27)	(74) 代理人	110002044 特許業務法人ブライタス
(65) 公開番号	特開2016-139513 (P2016-139513A)	(72) 発明者	杉山 昌章 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日鐵住金株式会社内
(43) 公開日	平成28年8月4日(2016.8.4)	(72) 発明者	谷山 明 東京都千代田区丸の内二丁目6番1号 新日鐵住金株式会社内
審査請求日	平成29年9月6日(2017.9.6)	審査官	右▲高▼ 孝幸

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 試料台およびそれを備えた電子顕微鏡

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

一方向に向かう電子線束を試料の表面に入射させる電子顕微鏡内に設置される試料台であって、

前記電子顕微鏡に着脱可能に装着される本体部と、

前記試料を保持する試料保持面を有する試料保持部と、

表面および、前記試料保持面に平行かつ対向しており検出面となる裏面を有する反射電子検出器とを備え、

前記反射電子検出器は、前記表面から前記裏面へ貫通し、かつ、前記電子線束が通過可能な穴を有し、

前記試料保持部は、前記一方向上の点を中心点として、揺動可能に前記本体部に支持され、

前記反射電子検出器は、前記検出面が前記試料保持面に対して平行な状態を維持しつつ移動可能に前記試料保持部に支持され、

前記試料保持部が、前記試料保持面と平行であり、かつ、前記中心点上で交差する2つの軸の回りを回転可能である、試料台。

【請求項2】

一方向に向かう電子線束を試料の表面に入射させる電子顕微鏡内に設置される試料台であって、

前記電子顕微鏡に着脱可能に装着される本体部と、

前記試料を保持する試料保持面を有する試料保持部と、
表面および、前記試料保持面に平行かつ対向しており検出面となる裏面を有する反射電子検出器とを備え、

前記反射電子検出器は、前記表面から前記裏面へ貫通し、かつ、前記電子線束が通過可能な穴を有し、

前記試料保持部は、前記一方向上の点を中心点として、揺動可能に前記本体部に支持され、

前記反射電子検出器は、前記検出面が前記試料保持面に対して平行な状態を維持しつつ移動可能に前記試料保持部に支持され、

前記本体部は、高さ調整可能で、かつ、前記試料保持部を支持する3つ以上の支持部を有する、試料台。

【請求項3】

一方向に向かう電子線束を試料の表面に入射させる電子顕微鏡内に設置される試料台であって、

前記電子顕微鏡に着脱可能に装着される本体部と、

前記試料を保持する試料保持面を有する試料保持部と、
表面および、前記試料保持面に平行かつ対向しており検出面となる裏面を有する反射電子検出器とを備え、

前記反射電子検出器は、前記表面から前記裏面へ貫通し、かつ、前記電子線束が通過可能な穴を有し、

前記試料保持部は、前記一方向上の点を中心点として、揺動可能に前記本体部に支持され、

前記反射電子検出器は、前記検出面が前記試料保持面に対して平行な状態を維持しつつ移動可能に前記試料保持部に支持され、

前記反射電子検出器を、前記検出面と直交する方向に移動させることができる機構をさらに備える、試料台。

【請求項4】

一方向に向かう電子線束を試料の表面に入射させる電子顕微鏡内に設置される試料台であって、

前記電子顕微鏡に着脱可能に装着される本体部と、

前記試料を保持する試料保持面を有する試料保持部と、
表面および、前記試料保持面に平行かつ対向しており検出面となる裏面を有する反射電子検出器とを備え、

前記反射電子検出器は、前記表面から前記裏面へ貫通し、かつ、前記電子線束が通過可能な穴を有し、

前記試料保持部は、前記一方向上の点を中心点として、揺動可能に前記本体部に支持され、

前記反射電子検出器は、前記検出面が前記試料保持面に対して平行な状態を維持しつつ移動可能に前記試料保持部に支持され、

前記反射電子検出器を、前記検出面と平行で互いに交差する2つの方向に移動させることができる機構をさらに備える、試料台。

【請求項5】

前記試料保持部が、前記試料保持面と平行であり、かつ、前記中心点上で交差する2つの軸の回りを回転可能である、請求項2から請求項4までのいずれかに記載の試料台。

【請求項6】

前記2つの軸が直交する、請求項1または請求項5に記載の試料台。

【請求項7】

前記中心点が、前記試料保持面と前記検出面との間に位置する、請求項1から請求項6までのいずれかに記載の試料台。

【請求項8】

10

20

30

40

50

前記本体部は、高さ調整可能で、かつ、前記試料保持部を支持する3つ以上の支持部を有する、請求項1および請求項3から請求項7までのいずれかに記載の試料台。

【請求項9】

前記反射電子検出器を、前記検出面と直交する方向に移動させることができる機構をさらに備える、請求項1、請求項2および請求項4から請求項8までのいずれかに記載の試料台。

【請求項10】

前記反射電子検出器を、前記検出面と平行で互いに交差する2つの方向に移動させることができる機構をさらに備える、請求項1から請求項3および請求項5から請求項9までのいずれかに記載の試料台。

10

【請求項11】

前記2つの方向が直交する、請求項4または請求項10に記載の試料台。

【請求項12】

前記試料保持部の揺動を指示する電気信号を受信するための第1コネクタピンと、前記反射電子検出器で得られた電気信号を送信するための第2コネクタピンと、前記反射電子検出器の移動を指示する電気信号を受信するための第3コネクタピンとをさらに備える、請求項1から請求項11までのいずれかに記載の試料台。

【請求項13】

請求項12に記載の試料台と、
前記試料台を設置する設置部と、
前記第1コネクタピン、第2コネクタピンおよび第3コネクタピンと接続する電気信号コネクタ受取口と、
前記反射電子検出器で得られた反射電子信号を伝播する反射電子伝播装置と、
前記試料保持部の揺動を制御する揺動制御装置と、
前記反射電子検出器の移動を制御する移動制御装置とを備える、電子顕微鏡。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は試料台およびそれを備えた電子顕微鏡に係り、特に、反射電子検出器を有する試料台およびそれを備えた電子顕微鏡に関する。

30

【背景技術】

【0002】

走査型電子顕微鏡（SEM：Scanning Electron Microscope）は、加速された電子線を収束して電子線束として、試料表面上を周期的に走査しながら照射し、照射された試料の局所領域から発生する反射電子および/または二次電子を検出して、それらの電気信号を材料組織像として変換することによって、材料の表面形態および構成組成分布などを観察する装置である。

【0003】

真空中で電子源より引き出された電子線は、直ちに1kV以下の低加速電圧から30kV程度の高加速電圧まで、観察目的に応じて異なるエネルギーで加速される。そして、加速された電子線は、コンデンサレンズおよび対物レンズ等の磁界コイルによって、ナノレベルの極微小径に集束されて電子線束となり、同時に偏向コイルによって偏向することで、試料表面上に収束された電子線束が走査される。また、最近では電子線を集束するに際して、電界コイルも組み合わせるような形式も用いられる。

40

【0004】

従来のSEMにおいては、分解能の制約から、二次電子像によって試料の表面形態を観察し、反射電子像によって組成情報を調べることが主要機能であった。しかしながら、近年、加速された電子線を、高輝度を維持したまま直径数nmという極微小径に集束させることが可能になり、非常に高分解能な反射電子像および二次電子像が得られるようになっ

50

てきた。

【0005】

反射電子像および二次電子像を得るために、試料から発生した反射電子および二次電子をそれぞれ検出するのが、反射電子検出器および二次電子検出器である。二次電子は、二次電子検出器先端部に数百ボルトの電圧を印加することで引き込み電位場を形成させ、試料表面からたとえ検出器とは異なる方向に向かって放出された場合であっても、検出器に引き込まれることとなる。そのため、高解像度な二次電子像を得る上で、二次電子検出器の配置が大きな問題となることは少ない。一方、エネルギーの高い反射電子は曲げることができず、直進して検出器に入射するため、反射電子検出器の配置の仕方によって反射電子像の見え方が大きく変化する。これまで、試料に対する反射電子検出器の配置方法につ

10

【0006】

例えば、特許文献1には、中央に孔のあいた円板状の電子線検出素子を試料ホルダの上部に取り付けた構造の反射電子検出器が開示されている。

【0007】

また、特許文献2には、対物レンズの下部磁極片の両側、それも試料傾斜軸に沿って反射電子検出器を2個あるいは4個対にして配置された走査電子顕微鏡が開示されている。

【0008】

さらに、特許文献3には、試料の観察面を所定の傾斜角にしたとき、この傾斜角に応じて反射電子検出器を駆動して、反射電子検出器の検出面が試料の観察面に対して平行になるよう傾斜させる電子顕微鏡が開示されている。

20

【0009】

ところで、SEMの特徴として、数mm～数cmのサイズの大きな試料に対して、局所領域の組織観察ができることが挙げられる。同じように電子線を活用して材料組織を観察する手段として、透過電子顕微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)がある。TEMでは、試料を電子線が透過するために極薄膜試料が必要となり、結果として、試料サイズも直径3mm以下が標準と制約を受けている。観察分解能に関しては、TEMの方が高いため、結晶欠陥の観察はTEM法が主体となる。一方、表面組織形状の観察に関してはSEM法が用いられ、両者は相補的に使われていた。

【0010】

しかしながら、本発明者らは、いくつかの特定方位を満足した結晶粒においては、SEMにおいても反射電子像を活用して、試料表面付近の格子欠陥をTEMと同様の分解能で観察できることを見出し、非特許文献1に報告した。

30

【先行技術文献】

【特許文献】

【0011】

【特許文献1】特開昭58-115383号公報

【特許文献2】特開平5-182626号公報

【特許文献3】特開2007-200573号公報

【非特許文献】

40

【0012】

【非特許文献1】日本電子News Vol. 43, (2011) p. 7-12

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0013】

観察された転位コントラストのメカニズムは、まだ必ずしも解明されていないが、入射電子線束が試料に対してチャネリング現象を起こすような結晶方位条件で照射された時に、転位像が観察されることが分かってきた。また、その転位組織は、僅か数度の試料傾斜に対して非常に敏感にコントラストが変化する。鉄鋼をはじめとする金属材料の組織観察においては、観察視野内の結晶粒は種々の方位を有している。したがって、SEM法によ

50

る転位等の結晶欠陥の観察のためには、個々の結晶粒に対してチャネリング現象を起こす角度に試料の観察面を入射電子方向に対して精密に傾斜させる必要がある。

【0014】

非特許文献1では、従来の汎用型SEMでの観察から、チャネリング現象を意図的に起こさせれば、転位などの格子欠陥がSEMでも観察できる可能性が提示されている。しかしながら、非特許文献1では、試料表面から反射した反射電子を効率的に捕獲できるように、反射電子検出器と試料表面との距離を短くすべきことが記載されているのみであり、試料の観察面を入射電子方向に対してチャネリング現象を起こす角度に傾斜させる必要があることについては記載されていない。

【0015】

また、特許文献1では、そもそも反射電子検出器を取り付けた試料ホルダの傾斜角を調整することについては一切考慮されていない。

【0016】

特許文献2に記載の方法では、一方向のみを軸とする傾斜機構しか存在しないため、転位などの組織を観察しながら傾斜してそのコントラスト変化を観察することはできない。また、空間的な制約から、任意の試料傾斜時に発生する任意の方向の反射電子を検出しようとすると、対物レンズの下に無数で、かつ様々な方向に向いた反射電子検出器を取り付ける必要があり、これは構造的に現実的ではない。さらに、試料ステージを10°以上に傾斜した時には、対物レンズ近傍に設置した反射電子検出器での信号の検出は困難である。

【0017】

特許文献3に記載の装置は、一方向のみを軸とする傾斜と回転とを組み合わせた傾斜機能しか有していない。回転操作では像組織が回転するだけで、結晶学的条件に対応した求めたい転位コントラストが変化しないため、原理的に、転位などの格子欠陥の観察に適していない。また、観察視野を選んでからその角度を読み取り反射電子検出器を傾斜するまでの時間が非常にかかり、多結晶かつ結晶粒単位で結晶方位が異なる鉄鋼材料などの場合においては、操作上現実的な作業スピードを実現できない。さらに、SEMは既に現場も含め様々な研究箇所におかれている汎用的な装置であるため、特殊なSEMではなく汎用型のSEMにおいて、格子欠陥が観察できることが望まれている。

【0018】

このように、従来の技術においては、SEM法によりTEM法のように一本一本の転位を観察できるような画期的な知見が見出されていなかったため、試料の精密な傾斜制御は要求されてこなかった。そのため、特許文献1～3に記載の試料台を用いても、結晶粒ごとのチャネリング条件の探索は不可能である。さらに、傾斜角度を大きくした場合に、反射電子検出器の配置が不適切であるために入射電子線が試料に到達しなくなるという問題もあった。

【0019】

また、転位コントラストを観察するためには、試料表面における結晶粒の方位情報を予め把握しておくことが望ましい。SEMには、結晶方位を同時に解析するための電子後方散乱回折(EBSD:Electron Back Scatter Diffraction)装置が、付加的に搭載されることが増えてきた。これによって、試料の表面形状に関する情報、ならびに析出物および第二相等の材料構成物の組成差に関する情報に加えて、試料の結晶方位情報が得られるようになり、その結果、鉄鋼材料およびアルミニウム材料等の金属材料部品分野では、製造プロセス時の結晶粒の集合組織制御、または、部品の変形加工時における結晶塑性挙動制御に対して、従来のX線回折手法と共に、SEM-EBSD法が新しい評価法として、積極的に使われている。

【0020】

EBSDにより結晶方位を計測するためには、試料をSEM内で70°程度まで大きく傾斜させる必要がある。そのため、EBSDによる結晶方位測定時においても、反射電子検出器の配置が不適切であると入射電子線が試料に到達しなくなるという問題が発生しう

10

20

30

40

50

る。このように、非特許文献 1 および特許文献 1 ~ 3 では、転位コントラストを観察する上で好適な試料台の構成については検討がなされていない。

【 0 0 2 1 】

本発明は、汎用性に優れ、既存の電子顕微鏡に適用することが可能であって、種々の方位を有する個々の結晶粒に対して、結晶欠陥像を観察する条件が得られるよう試料の傾斜角度および反射電子検出器の配置を制御することが可能な試料台を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【 0 0 2 2 】

本発明は、上記の課題を解決するためになされたものであり、下記の試料台およびそれを備えた電子顕微鏡を要旨とする。

【 0 0 2 3 】

(1) 一方向に向かう電子線束を試料の表面に入射させる電子顕微鏡内に設置される試料台であって、

前記電子顕微鏡に着脱可能に装着される本体部と、

前記試料を保持する試料保持面を有する試料保持部と、

表面および、前記試料保持面に平行かつ対向しており検出面となる裏面を有する反射電子検出器とを備え、

前記反射電子検出器は、前記表面から前記裏面へ貫通し、かつ、前記電子線束が通過可能な穴を有し、

前記試料保持部は、前記一方向上の点を中心点として、揺動可能に前記本体部に支持され、

前記反射電子検出器は、前記検出面が前記試料保持面に対して平行な状態を維持しつつ移動可能に前記試料保持部に支持される、試料台。

【 0 0 2 4 】

(2) 前記試料保持部が、前記試料保持面と平行であり、かつ、前記中心点上で交差する 2 つの軸の回りを回転可能である、上記 (1) に記載の試料台。

【 0 0 2 5 】

(3) 前記 2 つの軸が直交する、上記 (2) に記載の試料台。

【 0 0 2 6 】

(4) 前記中心点が、前記試料保持面と前記検出面との間に位置する、上記 (1) から (3) までのいずれかに記載の試料台。

【 0 0 2 7 】

(5) 前記本体部は、高さ調整可能で、かつ、前記試料保持部を支持する 3 つ以上の支持部を有する、上記 (1) から (4) までのいずれかに記載の試料台。

【 0 0 2 8 】

(6) 前記反射電子検出器を、前記検出面と直交する方向に移動させることができる機構をさらに備える、上記 (1) から (5) までのいずれかに記載の試料台。

【 0 0 2 9 】

(7) 前記反射電子検出器を、前記検出面と平行で互いに交差する 2 つの方向に移動させることができる機構をさらに備える、上記 (1) から (6) までのいずれかに記載の試料台。

【 0 0 3 0 】

(8) 前記 2 つの方向が直交する、上記 (7) に記載の試料台。

【 0 0 3 1 】

(9) 前記試料保持部の揺動を指示する電気信号を受信するための第 1 コネクタピンと、前記反射電子検出器で得られた電気信号を送信するための第 2 コネクタピンと、前記反射電子検出器の移動を指示する電気信号を受信するための第 3 コネクタピンとをさらに備える、上記 (1) から (8) までのいずれかに記載の試料台。

【 0 0 3 2 】

10

20

30

40

50

(10) 上記(9)に記載の試料台と、
 前記試料台を設置する設置部と、
 前記第1コネクタピン、第2コネクタピンおよび第3コネクタピンと接続する電気信号コネクタ受取口と、
 前記反射電子検出器で得られた反射電子信号を伝播する反射電子伝播装置と、
 前記試料保持部の揺動を制御する揺動制御装置と、
 前記反射電子検出器の移動を制御する移動制御装置とを備える、電子顕微鏡。

【発明の効果】

【0033】

本発明の試料台を用いれば、汎用的なSEMに設置することによって、最適なチャネリング現象を満足する入射電子線方位を自在に選ぶことができ、任意の方位の結晶粒に対して、TEM法同様にその転位組織を観察することができる。従来、転位組織観察はTEM法によらなければならなかったが、試料の変形能および延性破壊に影響を及ぼす転位などの結晶欠陥に対して、SEM法により高分解能の反射電子像を得ることができる。

10

【図面の簡単な説明】

【0034】

【図1】本発明に係る試料台を備えた顕微鏡装置の一例を模式的に示した図である。

【図2】本発明に係る試料台の試料を保持した状態における一実施形態を模式的に示した図である。

【図3】本発明に係る試料台を備えた走査顕微鏡装置観察された代表的な反射電子像である。

20

【図4】従来の試料台を備えたSEMの構成の一部を模式的に示した図である。

【発明を実施するための形態】

【0035】

添付した図面を参照して、本発明の一実施形態について、詳細に説明する。

【0036】

図1は、本発明に係る試料台を備えた顕微鏡装置の一例を模式的に示した図である。図1では、SEMを例に説明するが、本発明に係る試料台はSEM用に限定されず、電子線マイクロアナライザ(EPM A: Electron Probe Micro Analyser)等の電子線束を試料表面に照射することが可能な装置に設置することが可能である。

30

【0037】

SEMは、SEM本体100と、外部の駆動装置および制御装置とを備える。SEM本体100は、電子源より電子線を引き出し、加速しながら放出する電子銃20と、その電子線の加速電圧を制御する電子銃制御装置25と、加速された電子線束を集束するコンデンサレンズ30と、その開き角等を制御する集束レンズ系制御装置35と、集束された電子線束を試料上の微小領域に収束させる対物レンズ40と、それを含むポールピース50と、対物レンズ系制御装置45と、電子線束を試料上で走査するための偏向コイル60と、偏向コイル制御装置65とから主に構成される。対物レンズ40で収束された電子線束は、試料の表面に対して、図1に示される一方向Aに向かって入射されることとなる。実際の電子線束は微小な幅を有するが、本発明において一方向Aは、偏向コイルの中心から対物レンズの中心を結ぶ線の延びる方向と同一であるとする。

40

【0038】

試料表面に電子線束が照射された時に発生する二次電子は、二次電子検出器70に引き込まれることで検出され、二次電子信号伝搬装置75を介して、電子線の走査と同期させることで観察像としての二次電子像を表示装置80で得る。

【0039】

試料台10は、電子顕微鏡内の設置部15に設置される。図2は、試料台10の、試料20を保持した状態における一実施形態を模式的に示した図である。図2に示すように、試料台10は、本体部1と試料保持部2と反射電子検出器3とを備える。上記の構成とすることによって、一方向Aに向かう電子線束を試料20の表面に照射し、その反射電子を

50

反射電子検出器 3 で検出することによって、反射電子像を観察することができる。各構成要素について説明する。

【 0 0 4 0 】

1 . 本体部

本体部 1 は、電子顕微鏡の設置部 1 5 に着脱可能に装着されるための部分である。本体部 1 を設置部 1 5 に装着させる方法については従来の方法と同様であり、特別な処理を伴うことはない。そのため、本発明に係る試料台は、汎用的な S E M に取り付けが可能である。設置部 1 5 を駆動装置 1 7 によって駆動することで、S E M 内において試料台 1 0 の位置を変化させることができる。

【 0 0 4 1 】

2 . 試料保持部

試料保持部 2 は、試料 2 0 を保持する試料保持面 2 a を有する。試料 2 0 は試料保持面 2 a に対して、導電性カーボンテープ等を用いて接着させることができる。試料表面における転位等に代表される格子欠陥を観察する場合は、試料表面は電解研磨処理などによって平滑になっていることが望ましい。

【 0 0 4 2 】

試料に照射された反射電子像の持つ情報の中で、試料組成を調べる場合は単に試料から反射される反射電子線を収集すればよい。しかしながら、転位および積層欠陥等の試料が持つ格子欠陥については、ブラッグ回折反射に依存した情報であり、入射電子線がどのような角度で試料に入射するかの条件設定が非常に重要である。そのため、一方向 A に対する試料保持部 2 の傾斜角度を自在に調整できる必要がある。そこで試料保持部 2 は、一方向 A 上の点 B を中心として、揺動可能に本体部 1 に支持される構成とする。この際、図 2 (b) に示すように、試料保持部 2 が、試料保持面 2 a と平行であり、かつ、中心点 B 上で直交する 2 つの軸の回りを回転可能である構成とすることが望ましい。なお、図 2 においては、2 つの軸は直交しているが、交差していればよい。

【 0 0 4 3 】

中心点 B は、一方向 A 上であればよいが、試料保持面と検出面との間に位置することが望ましい。また、図 2 に示すように、中心点 B が試料表面と一致するように調整し、さらに上述の 2 つの軸がモニター上に現れる反射電子像の X 方向および Y 方向と一致するように設定すれば、組織像を観察しながら、モニター上で X 方向および Y 方向の回りに自在に試料を傾斜させる機構を実現させることが可能となる。なお、中心点 B は厳密に一方向 A 上に存在する必要はなく、試料保持面を揺動させた際に視野が大きく変化しない程度でのずれは許容される。

【 0 0 4 4 】

上述の試料保持部の傾斜機構は、例えば、試料保持部を本体部に設けられた直交する二つの円弧上をそれぞれ独立して移動可能な状態で支持することによって実現することができる。また、図 2 に示すように、本体部が高さ調整可能で、かつ、試料保持部 2 を支持する 3 つ以上の支持部 1 a を有する構成とすることによっても、傾斜機構を実現することができる。支持部 1 a がそれぞれの上下方向の位置を相対的に変化させることによって、試料保持部 2 が中心点 B の周りを揺動可能な状態となるためである。支持部 1 a としては、例えば圧電素子等を用いた微小変位治具を用いることができる。

【 0 0 4 5 】

一方向 A に対する試料保持部 2 の傾斜角度は、電気信号によって外部から操作することが可能である。例えば、試料台 1 0 の本体部 1 に第 1 コネクタピン 5 a を設け、S E M 本体 1 0 0 の電気信号コネクタ受取口 8 2 を介して S E M が備える揺動制御装置 8 4 と接続し、電気信号を試料台 1 0 に送信することによって、試料保持部の揺動を制御することができる。なお、電気信号の送信は、直接的な接続だけでなく、赤外線または無線等の非接触型の通信を利用することも可能である。

【 0 0 4 6 】

3 . 反射電子検出器

反射電子検出器 3 は、表面 3 a および裏面 3 b を有しており、裏面 3 b は反射電子の検出面となる部分であって、試料保持面 2 a に平行かつ対向している。なお、試料保持面 2 a と裏面 3 b とは、厳密に平行である必要はなく、略平行であればよい。図 2 (c) は反射電子検出器 3 および後述する移動機構 2 d , 2 e のみの構成を説明するための斜視図である。反射電子検出器 3 は、表面 3 a から裏面 3 b へ貫通し、かつ、電子線束が通過可能な穴 3 c を有する。穴 3 c は試料表面に対して照射された電子線束を通過させるためだけでなく、試料からラザフォード後方散乱したノイズ因子となる反射電子が通過する役割も兼ねている。穴の形状について、特に制限はなく例えば矩形であってもよいが、図 2 に示すように円形であることが好ましい。

【 0 0 4 7 】

また、穴の大きさについても特に制限は設けない。結晶格子欠陥像を観察する際の反射電子像のノイズ要因となるラザフォード後方散乱は、そのほとんどが一方向 A の逆方向に放出されるため、電子線束径も考慮し、穴の直径 d は 0 . 1 mm 以上とすることが望ましい。一方、穴の直径 d が大きくなりすぎると、反射電子の検出面の面積が小さくなってしまふので、d は 2 mm 以下であることが望ましい。さらに穴の直径 d は 1 mm 以下とすることがより望ましい。

【 0 0 4 8 】

図 2 に示すように、反射電子検出器 3 は、検出面が試料保持面 2 a に対して平行な状態を維持しつつ移動可能に試料保持部 2 に支持されている。試料保持部 2 と反射電子検出器 3 との距離については、試料 2 0 の厚さ等に応じて適宜調整すればよい。試料表面から広角に反射した反射電子は、距離 L が大きいと、反射電子検出器 2 の検出面に到達しない場合がある。そのため、最適な転位等の格子欠陥コントラストを観察できるように調整するためには、反射電子検出器 3 を、検出面と直交する方向に移動させることができる機構 2 b を備えていることが望ましい。距離 L は、1 0 mm 以下であることが望ましいが、必ずしも制約はない。観察条件に依存する。

【 0 0 4 9 】

検出面と直交する方向における微小な移動量を制御する方法としては、圧電素子を用いることができる。なお、図 2 に示す態様では、試料保持部 2 が検出面と直交する方向において高さを調整することが可能であり、かつ、反射電子検出器 3 を保持するための 1 つの支柱を有する構成となっているが、高精度に高さを調整するために、複数の支柱で反射電子検出器 3 を保持してもよい。

【 0 0 5 0 】

図 1 に示すように、反射電子検出器 3 に入射した反射電子量は、電流および電圧変動の電気信号に換算されて、反射電子伝播装置 8 8 に送られるような構成とすることが望ましい。そのため、電気信号を SEM 本体 1 0 0 の電気信号コネクタ受取口 8 2 を介して反射電子伝播装置 8 8 に送信するための第 2 コネクタピン 5 b を、試料台 1 0 の試料保持部 2 に設けることが望ましい。このピンの位置および構造は、汎用的な SEM 本体の構成に依存して、適宜、変更すればよい。なお、電気信号の送信は、直接的な接続だけでなく、赤外線または無線等の非接触型の通信を利用することも可能である。

【 0 0 5 1 】

ここで、穴の大きさにもよるが、試料保持部 2 の傾斜角度が大きくなると、試料保持部 2 と一緒に傾斜する反射電子検出器 3 の穴 3 c の位置が一方向 A 上からずれ、電子線束が反射電子検出器 3 の表面 3 a に衝突し、試料 2 0 の表面まで到達しなくなる。そのために、電子線束が穴 3 c を通過可能な位置まで、反射電子検出器 3 を移動させる機構 2 c が必要である。この際、検出面と直交する方向の高さ、すなわち距離 L が変化することは測定条件の変化をもたらすため好ましくない。そこで、図 2 (c) に示すように、検出面と直交する方向の高さは固定した状態で、反射電子検出器 3 を、検出面と平行で互いに直交する 2 つの方向に移動させることができる機構 2 d , 2 e を備えることが望ましい。なお、図 2 (c) においては、2 つの方向は直交しているが、交差していればよい。

【 0 0 5 2 】

10

20

30

40

50

反射電子検出器 3 を検出面と平行で互いに直交する 2 つの方向に移動させる機構については、例えば、圧電素子を応用することで微細化が可能である。また、図 2 (c) に示すように、上記の 2 つの方向がモニター上に現れる反射電子像の X 方向および Y 方向と一致するように設定すれば、組織像を観察しながら、モニター上で X 方向および Y 方向へ自在に移動させる機構を実現させることが可能となる。

【 0 0 5 3 】

反射電子検出器 3 の検出面に垂直な方向の移動および平行で互いに直交する 2 つの方向への移動を行う機構 2 d , 2 f については、電気信号によって外部から操作することが可能である。例えば、試料台 1 0 の試料保持部 2 に、第 3 コネクタピン 5 c を設け、SEM 本体 1 0 0 の電気信号コネクタ受取口 8 2 を介して SEM が備える移動制御装置 8 6 と接続し、電気信号を試料台 1 0 に送信することによって、反射電子検出器 3 の移動を制御することができる。なお、電気信号の送信は、直接的な接続だけでなく、赤外線または無線等の非接触型の通信を利用することも可能である。また、反射電子検出器 3 の検出面と平行な方向の移動機構 2 c については、電子線束と穴の位置関係に応じて、そのずれが極小小さくなるよう制御することが可能な機構としてもよい。

【 0 0 5 4 】

4 . その他

結晶の格子欠陥を観察するために、試料への入射電子線の方向が重要であることを説明したが、この技術を駆使するためには、予め試料表面における結晶粒の方位情報が分かっていることが望ましい。近年では、この試料表面の結晶方位情報を計測する技術は進歩し、多くの汎用型の SEM には、後方散乱電子 (E B S D) 検出器 9 0 が装着されている。図 1 に示す構成においては、後方散乱電子検出器 9 0 によって得られた信号は、後方散乱電子信号伝搬装置 9 2 を介して、試料結晶方位表示装置 9 4 に送られる。

【 0 0 5 5 】

E B S D による結晶方位の計測時には、試料を SEM 内で 7 0 ° に傾斜させてその表面近傍の結晶方位を計測する。本発明の一実施形態に係る試料台 1 0 を用いてこの E B S D 計測をしようとした場合、反射電子検出器 3 が試料保持部 2 に支持されているため、試料保持部 2 を 7 0 ° に傾斜すると、反射電子検出器 3 が有する穴 3 c の位置が電子線束の通路から大きく外れてしまうが、その際は、上述のように反射電子検出器 3 の検出面と平行な方向の移動機構 2 c を活用して、電子線束が穴 3 c を通過するように反射電子検出器 3 の位置を調整すればよい。

【 0 0 5 6 】

以下、実施例によって本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【実施例】

【 0 0 5 7 】

(実施例 1)

図 1 に示す構成を有する走査電子顕微鏡を用いて、60%の単純せん断変形を加えた際に鉄鋼材料に導入される転位組織を観察した。試料は { 1 1 1 } 集合組織を発展させた自動車用鋼板などによく使われる薄板用低炭素鋼板であり、まず、観察する結晶粒の試料方位を E B S D により計測した。結晶粒面の垂直方向が < 1 1 1 > となる結晶粒を選定し、その結晶粒の転位組織を観察した。このとき観察された代表的な反射電子像を図 3 に示す。撮影倍率は 5 万倍で、加速電圧は 2 0 k V とした。図 3 から分かるように、SEM を用いた場合であっても、加速電圧が 2 0 0 k V である TEM での極薄試料で観察される転位コントラストとほぼ同様に、一本一本の転位が分離されて観察されることが確認できた。なお、距離 L は 2 m m とし、反射電子検出器は矩形で、穴の直径 d は 1 m m のものを採用した。

【 0 0 5 8 】

本実施例にて、L が 2 m m の時に目的とする材料の転位コントラストを明瞭に観察することができ、さらに L が 5 m m の時まで同様に転位コントラストが観察できた。通常の S

10

20

30

40

50

EM観察では、試料表面と対物レンズ下面の距離を作動距離WD (Work Distance) と呼ぶ。この時、上記のLとWDとの関係は、 $L < WD$ となる。通常の試料の表面形状を観察する時は、WDが10～15mmの距離で観察するのが一般的であるので、ここで、Lを7mm、10mm、13mmの条件で、本発明の一実施形態に係る試料台を用いて転位コントラストを観察した所、7mmと10mmでは何とか一本一本の転位を識別できるレベルで観察できたが、13mmでは、一本一本の転位コントラストの分離は不可能であった。

【0059】

(実施例2)

本発明の半導体検出器を備えた二軸傾斜機能付試料ステージを装着した走査電子顕微鏡の特性をさらに確認するために、本発明の試料ステージを備えたSEMと従来の試料台を備えたSEMとの比較を行った。比較実験は、実施例1と同じ多結晶鉄鋼材料試料を用いて転位コントラストが明瞭に観察できるかどうかを調べることによって行った。

10

【0060】

なお、上記構成においては、試料保持部の揺動の中心点Bが試料表面上に一致するように調整した。また、上述のように、試料をモニター上でX方向およびY方向の回りに自在に傾斜させるとともに、移動させることが可能な構成とした。以下の説明において、X軸およびY軸回りの回転角度をそれぞれ α_x 、 α_y とし、反射電子検出器のX方向およびY方向への移動量をそれぞれ A_x および A_y とする。 A_x および A_y の値については、試料保持部の傾斜角度に応じて電子線束が穴を通過可能なように適宜調整した。

20

【0061】

予め試料表面の結晶粒がその試料表面に対する法線方向が $\langle 111 \rangle$ 方向であるような場合は、一本一本の転位コントラストが見えることは実施例1で示した通りである。その後、低指数面が出やすい他の結晶粒に注目し、転位コントラストの観察を行った。

【0062】

その結果、結晶粒Bではモニター上において、 α_x を 5° とした時に試料の $\langle 111 \rangle$ 方向が入射電子線とほぼ平行になり転位コントラストが観察された。また結晶粒Cでは、 α_y を 9° とした時に試料の $\langle 111 \rangle$ 方向が入射電子線とほぼ平行になり転位コントラストが観察された。さらに結晶粒Dでは、 α_x を 10° 、 α_y を 5° とした時に、試料の $\langle 100 \rangle$ 方向が入射電子線とほぼ平行になり、転位コントラストが観察された。そして、結晶粒Eでは、 α_y を -12° 傾斜した時に、試料の $\langle 110 \rangle$ 方向が入射電子線とほぼ平行になり、転位コントラストが観察された。

30

【0063】

観察に用いた鉄鋼材料はBCC多結晶であり、低指数方位である $\langle 100 \rangle$ 、 $\langle 110 \rangle$ および $\langle 111 \rangle$ 方位が入射電子線とほぼ平行になった時に、転位コントラストを良く観察することができる。またいずれの場合も、傾斜していき転位が観察できる傾斜角になってから、さらに 1° 傾斜しても転位が見えるケースが多かったが、それ以上の傾斜では、転位線コントラストがぼやける傾向にあり、転位が存在していることは分かるが、密度などの計測をするほどのコントラストは得られなかった。これらの観察時の諸条件を、表1にまとめて示す。

40

【0064】

【表 1】

表1

試験No.	結晶粒	距離	傾斜角		移動量	
		L (mm)	θ_x (°)	θ_y (°)	A_x (mm)	A_y (mm)
1	B	3	5	0	0	0
2	B	5	6	0	0	0
3	C	4	0	9	1.5	0
4	C	5	0	8	1.5	0
5	C	5	0	9	1.5	0
6	D	2	10	5	1.0	1.5
7	D	3	11	5	1.0	1.5
8	D	7	10	6	1.0	1.5
9	D	5	10	5	1.0	1.5
10	E	3	0	-12	-1.5	0
11	E	5	0	-12	-1.5	0
12	E	3	0	-13	1.5	0

【 0 0 6 5 】

従来の試料台を備えたSEMの構成の一部を図4(a), (b)に示す。図4(a)に示す構成においては、反射電子検出器3は対物レンズポールピースの直下に設置され、傾斜させることはできず、試料保持部2はX軸回りにのみ傾斜させることが可能である。また、図4(b)に示す構成においては、反射電子検出器3は試料保持部2によって支持されており、試料保持部2はX軸回りにのみ傾斜させることが可能である。

【 0 0 6 6 】

図4(a), (b)に示す構成を有する試料台を用いた場合、最初から結晶表面に垂直な方向 $\langle 111 \rangle$ が入射電子線と平行であった結晶粒Bにおいては、実施例1に示した条件で転位コントラストを観察することができたが、結晶粒C、D、Eについては、X軸回りの傾斜を行っても、一本一本の転位コントラストは観察できなかった。

【産業上の利用可能性】

【 0 0 6 7 】

本発明の試料台を用いれば、汎用的なSEMに設置することによって、最適なチャネリング現象を満足する入射電子線方位を自在に選ぶことができ、任意の方位の結晶粒に対して、TEM法同様にその転位組織を観察することができる。従来、転位組織観察はTEM法によらなければならなかったが、試料の変形能および延性破壊に影響を及ぼす転位などの結晶欠陥に対して、SEM法により高分解能の反射電子像を得ることができる。

【符号の説明】

【 0 0 6 8 】

1. 本体部
 - 1 a. 支持部
2. 試料保持部
 - 2 a. 試料保持面
 - 2 b. 直交方向の移動機構
 - 2 c. 平行方向の移動機構
 - 2 d. X方向の移動機構
 - 2 e. Y方向の移動機構

10

20

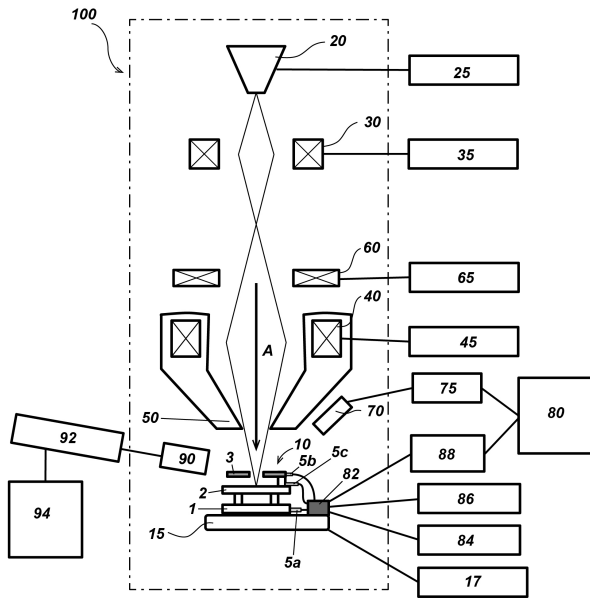
30

40

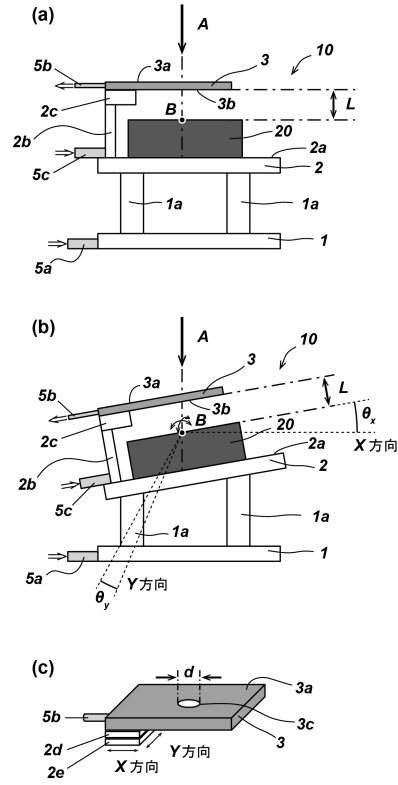
50

3 . 反射電子検出器	
3 a . 表面	
3 b . 裏面	
3 c . 穴	
5 a . 第 1 コネクタピン	
5 b . 第 2 コネクタピン	
5 c . 第 3 コネクタピン	
1 0 . 試料台	
1 5 . 設置部	
1 7 . 駆動装置	10
2 0 . 電子銃	
2 5 . 電子銃制御装置	
3 0 . コンデンサレンズ	
3 5 . 集束レンズ系制御装置	
4 0 . 対物レンズ	
4 5 . 対物レンズ系制御装置	
5 0 . ポールピース	
6 0 . 偏向コイル	
6 5 . 偏向コイル制御装置	
7 0 . 二次電子検出器	20
7 5 . 二次電子信号伝搬装置	
8 0 . 表示装置	
8 2 . 電気信号コネクタ受取口	
8 4 . 揺動制御装置	
8 6 . 移動制御装置	
8 8 . 反射電子伝播装置	
9 0 . 後方散乱電子検出器	
9 2 . 後方散乱電子信号伝搬装置	
9 4 . 試料結晶方位表示装置	
1 0 0 . S E M 本体	30

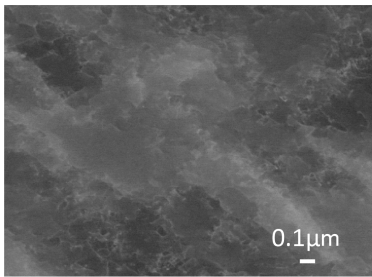
【図1】



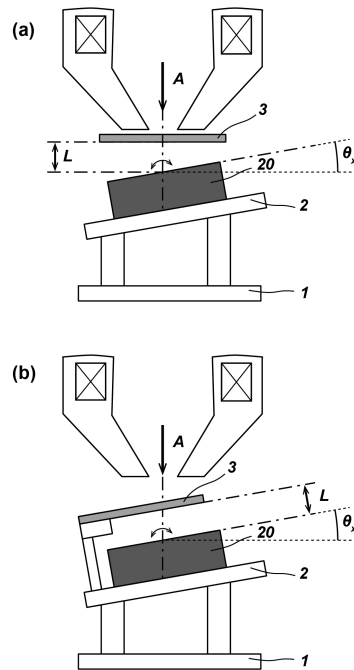
【図2】



【図3】



【図4】



フロントページの続き

(56)参考文献 実公昭59-004442(JP, Y1)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

H01J 37/20

H01J 37/244

H01J 37/28